(19)日本国特許庁(JP)

# (12)公開特許公報(A)

# (11)【公開番号】 特開平 11-130624

(43) 【公開日】平成11年(1999)5月18日

(51)【国際特許分類第6版】

[FI]

A61K 7/00

A61K 7/00

U

7/48

7/48

9/70 324

9/70 324

【審査請求】未請求

【請求項の数】3

【出願形態】FD

【全頁数】5

- (21) 【出願番号】特願平 9-314601
- (22)【出願日】平成9年(1997)10月31日
- (71) 【出願人】000000918 花王株式会社 【住所又は居所】東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
- (72) 【発明者】 石田 耕一 【住所又は居所】東京都墨田区文花2丁目1番3号 花王株式会社東京研究所内
- (72) 【発明者】小玉 研二 【住所又は居所】東京都墨田区文花2丁目1番3号 花王株式会社東京研究所内
- (74)【代理人】【弁理士】 芳村 武彦
  - (54) 【発明の名称】シート状パック剤組成物

#### (57)【要約】

【課題】シート状パックを製造する際に、基布上または剥離フイルム上に含浸又は塗布する際の加工性、熟成を安定にすることができるとともに、シート状パック形成後のパック剤層の劣化を防止することのできるシート状パック剤組成物を提供する。

【解決手段】高純度のポリ (メタ) アクリル酸類、水及び架橋剤を 含有する架橋型含水ゲルによりシート状パック剤組成物を構成す る。

		実施例1	大路界2	突旋何3	失趣例 4	比较例1	比較例2
4存モノマー部	ポリアクリル教ソーグ	70	850	70	850	700	1580
(ppm)	ポリアタリル部	130	130	400	400	800	8600
EERR	製造時の建工性	. 0	0	0	0	0	0
	然成明	0	0	0	0	△至長	△電長
<b>G</b> I'	製造業務	0	0	0	0	0	0
	8 - 月巻	0	0	0	0	0~4	0~4
私看性	製造業業	· 6	ာ	0	0	0	0
	8+月費	0	0	0	0	0~4	Δ
全体的馬蘭	ROME	- 0	0	0	0	0	0
	3+月後	-	0	0	0.	0~4	Δ.
貼り着き	<b>製造庫</b> 權	0	0	0	0	0	0
	3 7 A @	0	0	0	0	0~^	10~^
べたつき	製造座機	0	0	0	0	0	0
	8ヶ月像	-6	0	0_	0	^	1 ^
不能心事更への	- 報酬信報	. 0	10	0	0	C	0
<b>サルのしみだし</b>	8+万物	0	0	С	6	Δ	×

### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 残存モノマーの量が500ppm以下である高純度のポリ(メタ)アクリル酸類、水及び架橋剤を含有する架橋型含水ゲルからなるシート状パック剤組成物。

【請求項2】 基布上に請求項1に記載のシート状パック剤組成物層を設けたことを特徴とする顔用シート状パック。

【請求項3】 基布上に請求項1に記載のシート状パック剤組成物層を設けたことを特徴とする目元用シート状パック。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、目元ケア用等の目 的で顔面に貼着して使用されるシート状パックに使用す るパック剤組成物に関する。

#### [0002]

【従来の技術】従来から、不織布等の基布上に美白剤、保湿剤や油分等を含有するパック剤組成物を含浸又は塗布してなる、目元ケア用のシート状パックは種々提案されている。これらのシート状パックは、皮膚のかさつき、小じわやくま、くすみ等を改善するために目の下から目尻周辺に貼着するものであり、編物、織物、不織布、紙、プラスチックフイルム等の基布上に、水溶性高分子化合物、水溶性高分子化合物の架橋剤、油成分、保湿剤等を含有する架橋型含水ゲルを含浸又は塗布することによって形成されている。好ましい水溶性高分子化合物としては、ポリ(メタ)アクリル酸、ポリ(メタ)アクリル酸ソーダ等の各種ポリ(メタ)アクリル酸塩が提案されており、これらは通常多価金属塩等の架橋剤による架橋物として使用されている。

#### [0003]

【発明が解決しようとする課題】一般に、ポリ(メタ)アクリル酸やポリ(メタ)アクリル酸塩と多価金属塩との架橋反応は速く、非常に薄い金属塩水溶液を徐々に加えたり(特開昭49-35523)、エチレンジアミン四酢酸等で多価金属塩と錯塩を形成したり(特開昭54-70241)する方法がとられている。また、架橋速度を遅くするために難溶性多価金属塩を用いる方法(特開昭57-42617)等がある。これらの方法により、かなり架橋速度をコントロールすることができるが、ま

だ充分とはいえず、膏体が不均一になったり、塗工工程や熟成工程でばらつきが大きく、安定した生産が困難な状況である。また、シート状パック形成後にパック剤層が劣化し、パック剤が不織布等の基布表面にシミ出したり、粘着性、貼着時の肌の感触や匂い等が経時的に悪くなる等の問題があった。したがって、本発明の目的はシート状パックを製造する際に、基布上または剥離フイルム上に含浸又は塗布する際の加工性、熟成を安定にすることができるとともに、シート状パック形成後のパック剤層の劣化を防止することのできるシート状パック剤組成物を提供することにある。

#### [0004]

【課題を解決するための手段】このような実情に鑑み、 本発明者らは鋭意研究を行った結果、基布上あるいは剥 離フイルムに含浸又は塗布するパック剤組成物に含有さ せる水溶性高分子化合物として、高純度のポリ(メタ) アクリル酸類を使用することによって、パック剤組成物 を基布上あるいは剥離フイルム上に含浸又は塗布する際 の加工性、熟成のばらつきを改善することができるとと もに、シート状パック形成後のパック剤層の劣化を防止 することができることを見出し、本発明を完成したもの である。すなわち、本発明は、高純度のポリ(メタ)ア クリル酸類、水及び架橋剤を含有する架橋型含水ゲルに よりシート状パック剤組成物を構成するものである。本 発明で、ポリ (メタ) アクリル酸類とは、 (メタ) アク リル酸のホモポリマー及びコポリマー、(メタ)アクリ ル酸塩のホモポリマー及びコポリマー、(メタ)アクリ ル酸と (メタ) アクリル酸塩のコポリマー及びその部分 中和物、ならびにこれらポリマーの混合物を意味する。 ここで、(メタ) アクリル酸とはアクリル酸又はメタク リル酸を意味する。ポリ (メタ) アクリル酸塩の塩の種 類としては特に制限はないが、通常はナトリウム塩を使 用する。

#### [0005]

【発明の実施の形態】本発明で使用する高純度のポリ (メタ) アクリル酸類とは、常法により製造したポリ (メタ) アクリル酸類から残存モノマーの量を500 p p m以下、好ましくは300 P P m以下に精製除去したものを意味する。常法により製造したポリ (メタ) アクリル酸類中には、通常数千 p p m の残存モノマーが含まれており、これらのポリ (メタ) アクリル酸類をそのまま水及び架橋剤等とともに架橋型含水ゲルとして基布上に適用した場合には、塗工性や熟成期間にばらつきが生

じ、またシート状パック形成後にもパック剤層が劣化し、シート状パックの匂い、粘着性、全体的感触、貼り易さ 等が経時的に悪くなる。

【0006】これに対して、本発明ではこれらポリ(メタ)アクリル酸類から残存モノマーを精製除去した高純度のポリマーを使用することによって、はじめてポリ(メタ)アクリル酸類、水及び架橋剤を必須成分として含有する架橋型含水ゲルをパック剤組成物として基布上に適用する際の加工性を容易にコントロールできるとともに、シート状パック形成後のパック剤層の劣化を防止することに成功したものである。本発明では、ポリ(メタ)アクリル酸類は単独又は2種以上の混合物として使用することができるが、混合物として使用する場合には各々のポリマーとして残存モノマーが500mmp以下のものを使用することが好ましい。これらのポリ(メタ)アクリル酸類は他の水溶性高分子化合物と組み合わせて使用してもよい。

【0007】本発明のシート状パックの基布を構成する 材料としては特に制限はなく、ネルやスフモスのような 編物、織物のほか種々の不織布類、紙、プラスチック等 通常シート状パックに用いられる材料はいずれも使用す ることができる。また、基布上に含浸又は塗布する貼付 剤組成物にも特に制限はなく、例えばカオリン、タルク、 ペントナイト、二酸化チタン、酸化亜鉛等の無機粉体を 賦形剤とし、これにポリ(メタ)アクリル酸類を含む水 溶性高分子化合物:グリセリン、ソルビトール、ポリエ チレングリコール等の保湿剤:水及び美肌成分やその他 の薬効成分、油成分等を加え練合して得られるペースト 状の膏体等、通常のものが用いられる。

【0008】ポリ (メタ) アクリル酸類と組み合わせて使用する水溶性高分子化合物としては、例えばゼラチン、ペクチン、アルギン酸ソーダ、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリビニルカルボキシ共重合体、ポリビニルピロリドン・ビニルアセテート共重合体、ポリエチレンオキサイド、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、エチルセルロース、キサンタンガム、アラビアガム、トラガントガム、カラヤガム、メトキシエチレン及び無水マレイン酸共重合物等が挙げられ、本発明においては多価金属イオンと架橋反応を生じるいずれの水溶性高分子物質でも使用することができる。これらは1種又は2種以上を組み合わせて用いることができる。ポリ (メタ) アクリル酸類を含む水溶性高

分子化合物の配合量は、組成物全体の1~30重量%、 特に2~15重量%とすることが好ましい。

【0009】ポリ (メタ) アクリル酸類の架橋剤となる 多価金属塩としては、例えば塩化カルシウム、塩化マグ ネシウム、塩化アルミニウム、カリ明バン、アンモニウ ム明バン、鉄明バン、硫酸アルミニウム、硫酸第2鉄、 硫酸マグネシウム等の水溶性塩が好適に用いられる。し かしながら、水酸化カルシウム、水酸化第2鉄、水酸化 アルミニウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、リ ン酸カルシウム、ステアリン酸マグネシウム、ステアリ ン酸アルミニウム、クエン酸カルシウム、硫酸バリウム、 水酸化バリウム、アルミニウムアラントイネート、酢酸 アルミニウム、次硝酸ビスマス、次没食子酸ビスマス等 の水難溶性若しくは水微溶性塩も使用することができる。 架橋剤の使用量は、特に限定されるものではないが、通 常はポリ (メタ) アクリル酸類の架橋可能な部位1当量 に対して、0.01~5当量、特に0.1~2当量とす ることが好ましい。多価金属塩が0.05当量より少な いとイオン封鎖が起こりゲル化が起こらない場合が生じ、 また、5当量より多いと、架橋化度が高過ぎて離水現象 が起こる場合がある。

【0010】パック剤組成物中に配合する美肌成分としては、従来の化粧品に使用されている各種の美肌用活性物質がいずれも使用でき、遊離アミノ酸、ペプチド、蛋白質、有機酸、尿素、無機イオン、ヒアルロン酸等の多糖類等の保湿剤、動植物抽出液、ビタミン類及びその誘導体、ヒドロキシ酸等が挙げられる。その他薬効成分としては、特に制限はなく、例えば鎮痛消炎剤、鎮痒剤、殺菌消毒剤、収斂剤、皮膚軟化剤等を必要に応じて適宜配合することができる。これらの配合量は、一般に組成物全体の0.01~20重量%が好ましい。

【0011】本発明のパック剤組成物には、上記成分のほかに、必要に応じて、油成分、油性ゲル化剤やパック剤に一般に使用されている、例えば、プロピレングリコール、グリセリン、ソルビトール、ポリエチレングリコール、乳酸ナトリウム等の保湿剤の1種又は2種以上(配合量は通常、組成物全体の5~40重量%);カオリン、タルク、ベントナイト、二酸化チタン、酸化亜鉛等の無機粉体の1種又は2種以上(配合量は通常組成物全体の0~30重量%);更に膏体物性(柔軟性、粘着性、保型性等)の調整を目的とするポリブテン、アクリ

ル樹脂エマルジョン、酢酸ビニル樹脂エマルジョン等の

高分子化合物等を配合することができる。また、本発明

のパック剤組成物には、通常水分を30重量%以上、特に40~80重量%配合するのが好ましい。

【0012】上記成分を常法によって混合して得た本発明のパック剤組成物を不織布等の基布上に含浸又は塗布し、更に必要に応じてポリエチレンフイルム等のフェイシングを施す、又はポリエチレンフイルム等のフイルム上にパック剤組成物を塗布し、不織布を併せる等により構成した原反を、所定の寸法にカットすることによって目的とするシート状パックを製造することができる。

## [0013]

【実施例】次に、実施例により本発明をさらに説明するが、これらの実施例は本発明を限定するものではない。 (高純度ポリ(メタ)アクリル酸類の製造)本発明で使用するポリ(メタ)アクリル酸類は、市販のポリマーを精製することにより、例えば次のようにして製造することができる。

(製造例1:ポリアクリル酸の精製)市販のポリアクリル酸(日本純薬製、ジュリマーAC10LHP、残存モノマー量3600ppm)を湿度100%、温度110℃にてスチーミング処理した後、窒素雰囲気下にて減圧乾燥する。この操作を更に二回行った後、処理前のポリアクリル酸と同等の粒径(50~500ミクロン)になるように粉砕し、残存モノマー量130ppm、400ppm、800ppmの精製ポリアクリル酸を得た。なお残存モノマー量は液体クロマトグラフィー法にて測定した。

【0014】(製造例2:ポリアクリル酸ソーダの精製)市販のポリアクリル酸ソーダ(日本純薬製、アロンビスSS、残存モノマー量1580ppm)を10倍重量の86重量%エタノール水溶液で還流下にて洗浄処理を行った後、濾過にて溶媒を除去する。この操作を更に二回行い、窒素雰囲気下にて減圧乾燥した後、処理前のポリアクリル酸ソーダと同等の粒径(30~300ミクロン)になるように粉砕することにより、残存モノマー量70ppm、及び350ppm、500ppmの精製ポリアクリル酸ソーダを得た。なお残存モノマー量は液体クロマトグラフィー法にて測定した。

【0015】(実施例1~4及び比較例1、2)以下の 実施例及び比較例では、次に示す処方及び製法により調 製したパック剤組成物を不織布基布上に塗布することに よってシート状パックを製造した。組成物中の含有量は 重量%により表示したものである。

## [0016]

#### (パック剤組成物の処方)

	•
(成 分)	(含有量)
1) イソステアリルグリセリルエーテル	2. 0
2) ポリアクリル酸ソーダ	6. 0
3) ポリアクリル酸	2. 5
4) グリセリン	25.0
5) ミリスチン酸イソプロピル	2.0.
6) スクワラン	4.0
7)水酸化アルミニウムゲル	0. 2
8) 軽質無水シリカ	2. 0
9) ポリソルペート80	2. 0
10)精製水	パランス
(合計)	100.0

【0017】(製法) ニーダーを使用し、上記成分1)、4)、5)、6)及び10)の一部を均一に配合し、成分2)、3)及び7)を添加後均一に練合し、成分8)、9)及び10)の残部を加え、さらに均一に練合することにより、パック剤組成物を製造した。

【0018】各例における2)ポリアクリル酸ソーダ及び3)ポリアクリル酸としては、上記製造例1及び2で得られた、下記表1に記載の量の残存モノマーを含有するものを使用し、シート状パック製造時の架橋速度、ならびに得られたシート状パックの匂い、粘着性、全体的感触、貼り易さ、べたつき及び不織布表面へのゲルのシミ出しについて評価した結果を表1に記載した。

#### [0019]

#### 【表1】

		尖的偶1	类的机2	交差例 8	突進机 4	比较例1	比較何2
発存モノヤー魚	ポリアクリルセソーダ	7 D	350	70	850	700	1500
(ppm)	ポリアクリル型	130	130	400	400	800	8600
<b>州场党政</b>	製造時の第工性	. 0	0	0	0	0	0
	沙山田	0	0	0	0	心脏機	ム延長
e.	2362	0	0	0	0	0	0
	8+月後	0	0	0	0	O~A	0~∆
粘霉性	和主皇帝	<u> </u>	ပ	U	O	υ	0
	8+月春	C	0	0	0	0~4	Δ
全体的影響	観点担象	0	0	0	C	C	0
	3→月機	0	0.	0	0	O~A	. △
扱う書き	製造包養	0	0	0	0	0	0
	8ヶ月後	0_	0	0	0	O~A	O~∆
べたつき	<b>製造産機</b>	0	0	0	0	С	0
	3ヶ月巻	0	0	0	0	Δ	Δ
不能布養食への	製造直像	. 0	0	0	0	C	0
<b>ダルのしみだし</b>	8+万卷	O	·	C	, o	Δ	×

【0020】上記表1によれば、高純度のポリ(メタ) アクリル酸類を使用する本発明のシート状パック組成物 は、パック製造時の加工性が良好で、熟成期間のばらつ きも無く、シート状パック形成後のパック剤層の劣化を 防止することができ、優れた性状を有するものであるこ とがわかる。

(22)【出願日】

平成9年(1997)10月31日

**Parties** 

**Applicants** 

(71)【出願人】

【識別番号】

000000918

【氏名又は名称】

花王株式会社

【住所又は居所】

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

**Inventors** 

(72)【発明者】

【氏名】

石田 耕一

【住所又は居所】

東京都墨田区文花2丁目1番3号 花王株式会 社東京研究所内

(72)【発明者】

【氏名】

小玉 研二

【住所又は居所】

東京都墨田区文花2丁目1番3号 花王株式会

社東京研究所内

Agents

(74)【代理人】

【弁理士】

【氏名又は名称】

芳村 武彦

**Abstract** 

(57)【要約】

【課題】

シート状パックを製造する際に、基布上または 剥離フイルム上に含浸又は塗布する際の加工 性、熟成を安定にすることができるとともに、シート状パック形成後のパック剤層の劣化を防止 することのできるシート状パック剤組成物を提供 (22) [Application Date]

1997 (1997) October 31 days

(71) [Applicant]

[Identification Number]

000000918

[Name]

**KAO CORPORATION (DB 69-053-5703)** 

[Address]

Tokyo Prefecture Chuo-ku Nihonbashi Kayabacho 1-Chome

14-10

(72) [Inventor]

[Name]

Ishida Koichi

[Address]

Inside of Tokyo Prefecture Sumida-ku Bunka 2-1-3 Kao Corporation (DB 69-053-5703) Tokyo Research Laboratory

(72) [Inventor]

[Name]

Kodama Kenji

[Address]

Inside of Tokyo Prefecture Sumida-ku Bunka 2-1-3 Kao Corporation (DB 69-053-5703) Tokyo Research Laboratory

(74) [Attorney(s) Representing All Applicants]

[Patent Attorney]

[Name]

Yoshimura Takehiko

(57) [Abstract]

[Problems to be Solved by the Invention]

When producing sheet pack, when impregnation or coating fabric doingon base fabric or on exfoliation film, as fabricability, maturity can be made stable, sheet pack composition which can prevent deterioration of pack layer after sheet pack forming is offered.

Page 2 Paterra Instant MT Machine Translation

#### する。

#### 【解決手段】

高純度のポリ(メタ)アクリル酸類、水及び架橋剤を含有する架橋型含水ゲルによりシート状パック剤組成物を構成する。

#### Claims

### 【特許請求の範囲】

### 【請求項1】

残存モノマーの量が 500ppm 以下である高純度のポリ(メタ)アクリル酸類、水及び架橋剤を含有する架橋型含水ゲルからなるシート状パック剤組成物。

### 【請求項2】

基布上に請求項1に記載のシート状パック剤組成物層を設けたことを特徴とする顔用シート状パック。

## 【請求項3】

基布上に請求項1に記載のシート状パック剤組成物層を設けたことを特徴とする目元用シート 状パック。

#### **Specification**

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

#### 【発明の属する技術分野】

本発明は、目元ケア用等の目的で顔面に貼着 して使用されるシート状パックに使用するパック 剤組成物に関する。

## [0002]

### 【従来の技術】

従来から、不織布等の基布上に美白剤、保湿剤や油分等を含有するパック剤組成物を含浸 又は塗布してなる、目元ケア用のシート状パック は種々提案されている。

これらのシート状パックは、皮膚のかさつき、小じわやくま、くすみ等を改善するために目の下から目尻周辺に貼着するものであり、編物、織物、不織布、紙、プラスチックフイルム等の基布上に、水溶性高分子化合物、水溶性高分子化合物の架橋剤、油成分、保湿剤等を含有する架橋型含水ゲルを含浸又は塗布することによって形成されている。

after sheet pack forming is offered.

### [Means to Solve the Problems]

sheet pack composition is formed poly (meth) acrylic acid of high purity, due to crosslinking type containing water gel which contains water and crosslinking agent.

## [Claim(s)]

## [Claim 1]

poly (meth) acrylic acid of high purity where quantity of residual monomer is 500 ppm or less, sheet pack composition. which consists of crosslinking type containing water gel which contains thewater and crosslinking agent

## [Claim 2]

sheet pack. for face which provided sheet pack composition layer which on base fabric isstated in Claim 1 and makes feature

### [Claim 3]

sheet pack. for corner of the eye which provided sheet pack composition layer which on base fabric isstated in Claim 1 and makes feature

## [Description of the Invention]

## [0001]

### [Technological Field of Invention]

this invention, with or other objective for corner of the eye care adhering doing in facial surface, regards pack composition which you use for sheet pack which is used.

## [0002]

#### [Prior Art]

TRANSLATION STALLED non-woven fabrics or other groupskin whitener, humectantoil componentpack compositionfabriccorner of the eye caresheet packvarious

These sheet pack, dryness, small wrinkle and dark circle, dullness of color etc of skin in order to improvefrom under eye being something which adhering is done in the corner of the eye periphery, in knit article, woven article, non-woven fabrics, paper, plastic film or other group Nunokami, impregnation or coating fabric do the crosslinking type containing water gel which contains crosslinking agent, oil component, humectant etc of water soluble polymer chemical compoundand water soluble polymer chemical compound, it is formed by.

## Bibliographic Fields

## **Document Identity**

(19)【発行国】

日本国特許庁(JP)

(12)【公報種別】

公開特許公報(A)

(11)【公開番号】

特開平11-130624

(43)【公開日】

平成11年(1999)5月18日

**Public Availability** 

(43)【公開日】

平成11年(1999)5月18日

**Technical** 

(54)【発明の名称】

シート状パック剤組成物

(51)【国際特許分類第6版】

A61K 7/00

7/48

9/70 324

[FI]

A61K 7/00 U

7/48

9/70 324

【請求項の数】

3

【出願形態】

FD

【全頁数】

5

**Filing** 

【審査請求】

未請求

(21)【出願番号】

特願平9-314601

(19) [Publication Office]

Japan Patent Office (JP)

(12) [Kind of Document]

Unexamined Patent Publication (A)

(11) [Publication Number of Unexamined Application]

Japan Unexamined Patent Publication Hei 11 - 130624

(43) [Publication Date of Unexamined Application]

1999 (1999) May 18 days

(43) [Publication Date of Unexamined Application]

1999 (1999) May 18 days

(54) [Title of Invention]

SHEET PACK COMPOSITION

(51) [International Patent Classification, 6th Edition]

A61K 7/00

7/48

9/70324

[FI]

A61K 7/00 U

7/48

9/70324

[Number of Claims]

3

[Form of Application]

FD

[Number of Pages in Document]

5

[Request for Examination]

Unrequested

(21) [Application Number]

Japan Patent Application Hei 9 - 31 4601

Page 1 Paterra Instant MT Machine Translation

好ましい水溶性高分子化合物としては、ポリ(メタ)アクリル酸、ポリ(メタ)アクリル酸ソーダ等の各種ポリ(メタ)アクリル酸塩が提案されており、これらは通常多価金属塩等の架橋剤による架橋物として使用されている。

### [0003]

## 【発明が解決しようとする課題】

一般に、ポリ(メタ)アクリル酸やポリ(メタ)アクリル酸塩と多価金属塩との架橋反応は速く、非常に薄い金属塩水溶液を徐々に加えたり(特開昭49-35523)、エチレンジアミン四酢酸等で多価金属塩と錯塩を形成したり(特開昭54-70241)する方法がとられている。

また、架橋速度を遅くするために難溶性多価金属塩を用いる方法(特開昭 57-42617)等がある。

これらの方法により、かなり架橋速度をコントロールすることができるが、まだ充分とはいえず、 膏体が不均一になったり、塗工工程や熟成工程 でばらつきが大きく、安定した生産が困難な状 況である。

また、シート状パック形成後にパック剤層が劣化し、パック剤が不織布等の基布表面にシミ出したり、粘着性、貼着時の肌の感触や匂い等が経時的に悪くなる等の問題があった。

したがって、本発明の目的はシート状パックを製造する際に、基布上または剥離フイルム上に含浸又は塗布する際の加工性、熟成を安定にすることができるとともに、シート状パック形成後のパック剤層の劣化を防止することのできるシート状パック剤組成物を提供することにある。

## [0004]

### 【課題を解決するための手段】

このような実情に鑑み、本発明者らは鋭意研究を行った結果、基布上あるいは剥離フイルムに含浸又は塗布するパック剤組成物に含有させる水溶性高分子化合物として、高純度のポリ(メタ)アクリル酸類を使用することによって、パック剤組成物を基布上あるいは剥離フイルム上に含浸又は塗布する際の加工性、熟成のばらつきを改善することができるとともに、シート状パック形成後のパック剤層の劣化を防止することができることを見出し、本発明を完成したものである。

As desirable water soluble polymer chemical compound, poly (meth) acrylic acid, poly (meth) acrylic acid soda or other various poly (meth) acrylic acid salt are proposed, these usually areused with polyvalent metal salt or other crosslinking agent as crosslinked product.

### [0003]

## [Problems to be Solved by the Invention]

Gradually it adds and/or metal salt aqueous solution where generally, crosslinking reaction of the poly (meth) acrylic acid and poly (meth) acrylic acid salt and polyvalent metal salt isquick, is thin very (Japan Unexamined Patent Publication Showa 49-35523), are taken polyvalent metal salt and (Japan Unexamined Patent Publication Showa 54-70241) method which with such as ethylenediamine tetraacetic acid forms complex salt.

In addition, there is a method (Japan Unexamined Patent Publication Showa 57-42617) etc which uses poorly soluble polyvalent metal salt inorder to make crosslinking rate slow.

With these method, crosslinking rate can be controlled quite, but still the satisfactory you cannot say, paste becomes nonuniform, it is a condition whereproduction to which scatter is large with coating step, and the ageing step stabilizes is difficult.

In addition, after sheet pack forming pack layer deteriorates, pack oozing is enough in non-woven fabrics or other group cloth surface, there was a or other problem where feel and odor etc of skin at time of tackiness, adhering become bad in timewise.

Therefore, as for objective of this invention when producing sheet pack, when impregnation or coating fabric doing on base fabric or on the exfoliation film, as fabricability, maturity can be made stable, it is tooffer sheet pack composition which can prevent deterioration of pack layerafter sheet pack forming.

## [0004]

#### [Means to Solve the Problems]

As for result of considering to this kind of actual condition, asfor these inventors doing diligent research, as water soluble polymer chemical compound which iscontained in pack composition which impregnation or coating fabric isdone, poly (meth) acrylic acid of high purity are used on or exfoliation film base fabric with, When pack composition impregnation or coating fabric doing on base fabric oron exfoliation film, as scatter of fabricability, maturity can beimproved, it is something which can prevent deterioration of pack layer after sheet pack forming to discover, completes this invention.

すなわち、本発明は、高純度のポリ(メタ)アクリル酸類、水及び架橋剤を含有する架橋型含水ゲルによりシート状パック剤組成物を構成するものである。

本発明で、ポリ(メタ)アクリル酸類とは、(メタ)アクリル酸のホモポリマー及びコポリマー、(メタ)アクリル酸塩のホモポリマー及びコポリマー、(メタ)アクリル酸と(メタ)アクリル酸塩のコポリマー及びその部分中和物、ならびにこれらポリマーの混合物を意味する。

ここで、(メタ)アクリル酸とはアクリル酸又はメタクリル酸を意味する。

ポリ(メタ)アクリル酸塩の塩の種類としては特に制限はないが、通常はナトリウム塩を使用する。

#### [0005]

## 【発明の実施の形態】

本発明で使用する高純度のポリ(メタ)アクリル酸類とは、常法により製造したポリ(メタ)アクリル酸類から残存モノマーの量を 500ppm 以下、好ましくは 300PPm 以下に精製除去したものを意味する。

常法により製造したポリ(メタ)アクリル酸類中には、通常数千 ppm の残存モノマーが含まれており、これらのポリ(メタ)アクリル酸類をそのまま水及び架橋剤等とともに架橋型含水ゲルとして基布上に適用した場合には、塗工性や熟成期間にばらつきが生じ、またシート状パック形成後にもパック剤層が劣化し、シート状パックの匂い、粘着性、全体的感触、貼り易さ等が経時的に悪くなる。

#### [0006]

これに対して、本発明ではこれらポリ(メタ)アクリル酸類から残存モノマーを精製除去した高純度のポリマーを使用することによって、はじめてポリ(メタ)アクリル酸類、水及び架橋剤を必須成分として含有する架橋型含水ゲルをパック剤組成物として基布上に適用する際の加工性を容易にコントロールできるとともに、シート状パック形成後のパック剤層の劣化を防止することに成功したものである。

本発明では、ポリ(メタ)アクリル酸類は単独又は 2 種以上の混合物として使用することができるが、混合物として使用する場合には各々のポリマーとして残存モノマーが 500mmp 以下のものを使用することが好ましい。

これらのポリ(メタ)アクリル酸類は他の水溶性高

namely, this invention is something which forms sheet pack composition poly (meth) acrylic acid of the high purity, due to crosslinking type containing water gel which contains water and crosslinking agent.

With this invention, poly (meth) acrylic acid, mixture of homopolymer and copolymer. (meth) acrylic acid of homopolymer and copolymer. (meth) acrylic acid salt of (meth) acrylic acid and copolymer and its partially neutralized substance. and these polymer of (meth) acrylic acid salt is meant.

Here, (meth) acrylic acid acrylic acid or methacrylic acid is meant.

As kind of salt of poly (meth) acrylic acid salt there is notespecially restriction. sodium salt is used usually.

### [0005]

### [Embodiment of the Invention]

poly (meth) acrylic acid of high purity which is used with this invention, thequantity of residual monomer those which it refines removes in 500 ppm or less, preferably 300PPm or below aremeant from poly (meth) acrylic acid which are produced with conventional method.

residual monomer of several thousand ppm is usually included in poly (meth) acrylic acid whichare produced with conventional method, when it applies on base fabric that way thewater and crosslinking agent etc and also these poly (meth) acrylic acid as crosslinking type containing water gel, scatter occurs in coating property and maturity time, in addition pack layer deteriorates even after sheet pack forming, odor, tackiness, entire feel, ease of application etc of sheet pack becomes bad in timewise.

#### [0006]

When applying on base fabric vis-a-vis this, with this invention polymer of high purity which it refines removes residual monomer is used from these poly (meth ) acrylic acid with , for first time poly (meth ) acrylic acid, thewater and crosslinking agent as essential ingredient with crosslinking type containing water gel which it contains as pack composition, as fabricability can be controlled easily, It is something which succeeds in preventing deterioration of pack layer after sheet pack forming.

You can use with this invention, as for poly (meth) acrylic acid as mixture of alone, 2 kinds or more, but when you use as mixture residual monomer those of 500 mm p or less are used as each polymer are desirable.

It is possible to use these poly (meth ) acrylic acid combining

分子化合物と組み合わせて使用してもよい。

### [0007]

本発明のシート状パックの基布を構成する材料としては特に制限はなく、ネルやスフモスのような編物、織物のほか種々の不織布類、紙、プラスチック等通常シート状パックに用いられる材料はいずれも使用することができる。

また、基布上に含浸又は塗布する貼付剤組成物にも特に制限はなく、例えばカオリン、タルク、ベントナイト、二酸化チタン、酸化亜鉛等の無機粉体を賦形剤とし、これにポリ(メタ)アクリル酸類を含む水溶性高分子化合物:グリセリン、ソルビトール、ポリエチレングリコール等の保湿剤:水及び美肌成分やその他の薬効成分、油成分等を加え練合して得られるペースト状の膏体等、通常のものが用いられる。

### [8000]

ポリ(メタ)アクリル酸類と組み合わせて使用する水溶性高分子化合物としては、例えばゼラチン、ペクチン、アルギン酸ソーダ、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリビニルカルボキシ共重合体、ポリビニルピロリドン・ビニルアセテート共重合体、ポリエチレンオキサイド、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、メチルセルロース、エチルセルロース、キサンタンガム、アラビアガム、トラガントガム、カラヤガム、メトキシエチレン及び無水マレイン酸共重合物等が挙げられ、本発明においては多価金属イオンと架橋反応を生じるいずれの水溶性高分子物質でも使用することができる。

これらは1種又は2種以上を組み合わせて用いることができる。

ポリ(メタ)アクリル酸類を含む水溶性高分子化合物の配合量は、組成物全体の 1~30 重量%、特に 2~15 重量%とすることが好ましい。

#### [0009]

ポリ(メタ)アクリル酸類の架橋剤となる多価金属塩としては、例えば塩化カルシウム、塩化マグネシウム、塩化アルミニウム、カリ明バン、アンモニウム明バン、鉄明バン、硫酸アルミニウム、硫酸第2鉄、硫酸マグネシウム等の水溶性塩が好適に用いられる。

しかしながら、水酸化カルシウム、水酸化第 2 鉄、水酸化アルミニウム、炭酸カルシウム、炭 with other water soluble polymer chemical compound.

### [0007]

As material which forms base fabric of sheet pack of this invention there isnot especially restriction, other various non-woven fabrics of knit article, woven article like flannel and staple fiber moss usually is used for sheet pack and such as paper, plastic in each case can use material which.

In addition, on base fabric there is not especially restriction even in tackifier composition which impregnation or coating fabric is done, for example kaolin, talc, bentonite (DANA 71.3.1a.1-2), designates titanium dioxide, zinc oxide or other inorganic powder as diluting agent, kneading combination doingincluding water soluble polymer chemical compound:glycerine, sorbitol, polyethylene glycol or other humectant: water, and beautiful skin component andother active ingredient, oil component etc which include poly (meth) acrylic acid in this it canuse, conventional ones such as paste of paste which is acquired.

## [8000]

for example gelatin, pectin, sodium alginate, polyvinyl alcohol, polyvinyl pyrrolidone, poly vinyl carboxy copolymer, polyvinyl pyrrolidone \* vinyl acetate copolymer, polyethylene oxide, carboxymethyl cellulose and hydroxymethyl cellulose, you can list hydroxyethyl cellulose, methylcellulose, ethyl cellulose, xanthan gum, gum arabic, traganth gum, karaya gum, methoxy ethylene and maleic anhydride copolymer etc as water soluble polymer chemical compound which is usedcombining with poly (meth) acrylic acid, regard to this invention and you can use polyvalent metal ion and any water soluble polymer substance which causes crosslinking reaction.

You can use these combining one, two or more kinds.

blended amount of water soluble polymer chemical compound which includes poly (meth) acrylic acid makes 1 - 30 weight%, especially 2 - 15 weight% of composition entirety, it is desirable.

#### [0009]

It can use for ideal for example calcium chloride, magnesium chloride, aluminum chloride, potassium alum, ammonium alum, iron alum, aluminum sulfate, iron (III) sulfate, magnesium sulfate or other water soluble salt as polyvalent metal salt which becomes crosslinking agent of poly (meth) acrylic acid.

But, calcium hydroxide, hydroxide 2nd iron, you can use also aluminum hydroxide, calcium carbonate, magnesium

酸マグネシウム、リン酸カルシウム、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸アルミニウム、クエン酸カルシウム、硫酸バリウム、水酸化バリウム、アルミニウムアラントイネート、酢酸アルミニウム、次硝酸ビスマス、次没食子酸ビスマス等の水難溶性若しくは水微溶性塩も使用することができる。

架橋剤の使用量は、特に限定されるものではないが、通常はポリ(メタ)アクリル酸類の架橋可能な部位1当量に対して、0.01~5当量、特に0.1~2当量とすることが好ましい。

多価金属塩が 0.05 当量より少ないとイオン封鎖 が起こりゲル化が起こらない場合が生じ、また、 5 当量より多いと、架橋化度が高過ぎて離水現 象が起こる場合がある。

#### [0010]

パック剤組成物中に配合する美肌成分としては、従来の化粧品に使用されている各種の美肌用活性物質がいずれも使用でき、遊離アミノ酸、ペプチド、蛋白質、有機酸、尿素、無機イオン、ヒアルロン酸等の多糖類等の保湿剤、動植物抽出液、ビタミン類及びその誘導体、ヒドロキシ酸等が挙げられる。

その他薬効成分としては、特に制限はなく、例えば鎮痛消炎剤、鎮痒剤、殺菌消毒剤、収斂剤、皮膚軟化剤等を必要に応じて適宜配合することができる。

これらの配合量は、一般に組成物全体の 0.01~20 重量%が好ましい。

## [0011]

本発明のパック剤組成物には、上記成分のほかに、必要に応じて、油成分、油性ゲル化剤やパック剤に一般に使用されている、例えば、プロピレングリコール、グリセリン、ソルビトール、ポリエチレングリコール、乳酸ナトリウム等の保湿剤の1種又は2種以上(配合量は通常、組成物全体の5~40重量%);カオリン、タルク、ベントナイト、二酸化チタン、酸化亜鉛等の無機粉体の1種又は2種以上(配合量は通常組成物全体の1種又は2種以上(配合量は通常組成物全体の0~30重量%);更に膏体物性(柔軟性、粘着性、保型性等)の調整を目的とするポリブテン、マクリル樹脂エマルジョン、酢酸ビニル樹脂エマルジョン、酢酸ビニル樹脂エマルジョン、酢酸ビニル樹脂エマルジョン、酢酸ビニル樹脂エマルジョン・

また、本発明のパック剤組成物には、通常水分

carbonate, calcium phosphate, magnesium stearate, aluminum stearate, calcium citrate, barium sulfate, barium hydroxide, aluminum alane jp7 Oryza sativa L. (rice) — jp7, aluminum acetate, next bismuth nitrate, bismuth subgallate or other poorly water-soluble or water trace solubility characteristic salt.

amount used of crosslinking agent is not something which especially is limited. Usually, it makes 0.01 - 5 equivalent, especially 0.1 - 2 equivalent, vis-a-vis crosslinkable site 1 equivalent of poly (meth) acrylic acid, it is desirable.

When polyvalent metal salt is less than 0.05 equivalent, when ion capped chain happensand when gelation does not happen occurs, in addition, is more than 5 equivalent, degree of cross-linking being too high, there are times when the water release phenomena happens.

#### [0010]

In each case be able to use active substance for various beautiful skin which is usedfor conventional cosmetics as beautiful skin component which is combined in pack composition, you canlist free amino acid, peptide, protein, organic acid, urea, inorganic ion, hyaluronic acid or other polysaccharide or other humectant, animals and plants extracted liquid, vitamin and its derivative, hydroxy acid etc.

In addition there is not especially restriction as active ingredient, the according to need can combine for example analgesic antiphlogistic, antipruritic agent, sterilization and disinfection medicine and astringent, skin softener etc appropriately.

As for these blended amount, 0.01 - 20 weight% of composition entirety are desirablegenerally.

## [0011]

It is used for according to need, oil component, oil-based gelling agent and pack for other than theabove-mentioned component, generally in pack composition of this invention, one, two or more kinds of for example propylene glycol, glycerine, sorbitol, polyethylene glycol, sodium lactate or other humectant (blended amount usually 5 - 40 weight% of composition entirety); kaolin, talc, bentonite (DANA 71.3.1a.1-2), one, two or more kinds of titanium dioxide, zinc oxide or other inorganic powder (blended amount usually 0 - 30 weight% of composition entirety); furthermore polybutene, acrylic resin emulsion, vinyl acetate resin emulsion or other polymeric compound etc which designates adjustment of paste property (softening, tackiness, shape retention etc) as the objective can be combined.

In addition, usually moisture 30 weight % or more.

を 30 重量%以上、特に 40~80 重量%配合する のが好ましい。

#### [0012]

上記成分を常法によって混合して得た本発明のパック剤組成物を不織布等の基布上に含浸又は塗布し、更に必要に応じてポリエチレンフイルム等のフェイシングを施す、又はポリエチレンフイルム等のフイルム上にパック剤組成物を塗布し、不織布を併せる等により構成した原反を、所定の寸法にカットすることによって目的とするシート状パックを製造することができる。

## [0013]

#### 【実施例】

次に、実施例により本発明をさらに説明するが、これらの実施例は本発明を限定するものではない。

(高純度ポリ(メタ)アクリル酸類の製造)本発明で使用するポリ(メタ)アクリル酸類は、市販のポリマーを精製することにより、例えば次のようにして製造することができる。

(製造例 1:ポリアクリル酸の精製)市販のポリアクリル酸(日本純薬製、ジュリマーAC10LHP、残存モノマー量 3600ppm)を湿度 100%、温度 110 deg C にてスチーミング処理した後、窒素雰囲気下にて減圧乾燥する。

この操作を更に二回行った後、処理前のポリアクリル酸と同等の粒径(50~500 ミクロン)になるように粉砕し、残存モノマー量 130ppm、400ppm、800ppm の精製ポリアクリル酸を得た。

なお残存モノマー量は液体クロマトグラフィー法にて測定した。

#### [0014]

(製造例 2:ポリアクリル酸ソーダの精製)市販のポリアクリル酸ソーダ(日本純薬製、アロンビスSS、残存モノマー量 1580ppm)を10 倍重量の86 重量%エタノール水溶液で還流下にて洗浄処理を行った後、濾過にて溶媒を除去する。

この操作を更に二回行い、窒素雰囲気下にて減圧乾燥した後、処理前のポリアクリル酸ソーダと同等の粒径(30~300ミクロン)になるように粉砕することにより、残存モノマー量 70ppm、及び350ppm、500ppm の精製ポリアクリル酸ソーダ

especially 40 - 80 weight% it is desirable in pack composition of this invention to combine.

#### [0012]

Mixing above-mentioned component with conventional method, impregnation or coating fabric it does pack composition of this invention which it acquires in non-woven fabrics or other group Nunokami, furthermore administers according to need polyethylene film or other フェイ syn グ, or coating fabric it does pack composition on polyethylene film or other film, starting sheet which forms non-woven fabrics 併 due to such as, it can produce sheet pack which it makes objective it cuts off with in predetermined dimension.

## [0013]

## [Working Example(s)]

Next, this invention furthermore is explained with Working Example, but these Working Example are not something which limits this invention.

It can produce poly (meth) acrylic acid which are used with (Production of high purity poly (meth) acrylic acid) this invention, byrefining commercial polymer, for example following way.

(Refining Production Example 1: polyacrylic acid) commercial polyacrylic acid (Nihon Junyaku Co. Ltd. (DB 69-059-1649) make, Jurimar AC10LHP, amount of residual monomer 3600 ppm) with humidity 100%, temperature 110 deg C steam treatment after doing, reduced pressure drying isdone under nitrogen atmosphere.

In order this operation furthermore two times after doing, to become particle diameter (50 - 500 micron) which is equal to polyacrylic acid before treating, it pulverized, acquired refining polyacrylic acid of amount of residual monomer 130 ppm, 400 ppm, 800 ppm.

Furthermore it measured amount of residual monomer with liquid chromatography method.

#### [0014]

(Refining Production Example 2: poly (sodium acrylate)) commercial poly (sodium acrylate) (Nihon Junyaku Co. Ltd. (DB 69-059-1649) make, Aron screw SS, amount of residual monomer 1580 ppm) after with 86 weight% ethanol-water solution of 10 times weight doing the washing under reflux, solvent is removed with filtration.

In order this operation furthermore under two time doing and nitrogen atmosphere reduced pressure drying after doing, poly before treating (sodium acrylate) with to become theequal particle diameter (30 - 300 micron), refining poly (sodium acrylate) of amount of residual monomer 70 ppm, and 350

## を得た。

なお残存モノマー量は液体クロマトグラフィー法 にて測定した。

#### [0015]

(実施例 1~4 及び比較例 1、2)以下の実施例及び比較例では、次に示す処方及び製法により調製したパック剤組成物を不織布基布上に塗布することによってシート状パックを製造した。

組成物中の含有量は重量%により表示したもの である。

## [0016]

## (パック剤組成物の処方)

(成 分)	(含有	
1) イソステアリルグリセリルエーテル	2.	0
2) ポリアクリル酸ソーダ	6.	0
3) ポリアクリル酸	2.	5
4)グリセリン	25.	0
5) ミリスチン酸イソプロピル	2.	•
6) スクワラン	4.	•
7)水酸化アルミニウムゲル	0.	-
8) 軽質無水シリカ	2.	_
9) ポリソルペート80	2. 2.	-
10) 精製水	- •	_
	パラン	<b>'</b>
(合 計)	100.	0

## [0017]

(製法)ニーダーを使用し、上記成分 1)、4)、5)、6)及び 10)の一部を均一に配合し、成分 2)、3)及び 7)を添加後均一に練合し、成分 8)、9)及び10)の残部を加え、さらに均一に練合することにより、パック剤組成物を製造した。

#### [0018]

各例における 2)ポリアクリル酸ソーダ及び 3)ポリアクリル酸としては、上記製造例 1 及び 2 で得られた、下記表 1 に記載の量の残存モノマーを含有するものを使用し、シート状パック製造時の架橋速度、ならびに得られたシート状パックの匂い、粘着性、全体的感触、貼り易さ、べたつき及び不織布表面へのゲルのシミ出しについて評価した結果を表 1 に記載した。

ppm, 500 ppm wasacquired by pulverizing.

Furthermore it measured amount of residual monomer with liquid chromatography method.

### [0015]

With Working Example and Comparative Example below (Working Example 1~4 and Comparative Example 1, 2), pack composition which is manufactured with the formulation and production method which are shown next coating fabric is done on non-woven fabrics base fabric, sheet pack was produced with.

content in composition is something which is indicated with weight%.

[0016]

#### [0017]

You used (production method) kneader, above-mentioned component 1), 4), 5), 6) and 10) combined partto uniform, component 2), 3) and 7) after adding kneading combination didin uniform, you produced pack composition doing by in uniform component 8), 9) and 10) including remainder, furthermore kneading combination.

### [0018]

Those which contain residual monomer of quantity which it acquired withabove-mentioned Production Example 1 and 2 2 in each example) poly (sodium acrylate) and 3) as polyacrylic acid, states in below-mentioned Table 1 were used, resultwhich evaluation is done was stated in Table 1 concerning crosslinking rate, at time of sheet pack production and odor, tackiness, entire feel, ease of application, tackiness of sheet pack which isacquired and oozing of gel to non-woven fabrics surface.